(1) Veröffentlichungsnummer:

0 118 25

**A2** 

(12)

# **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(21) Anmeldenummer: 83113258.4

(5) Int. Cl.<sup>3</sup>: A 61 L 9/04 A 61 L 9/01

(22) Anmeldetag: 31.12.83

30 Priorität: 11.02.83 DE 3304822 30.03.83 DE 3311642

- (43) Veröffentlichungstag der Anmeldung: 19.09.84 Patentblatt 84/38
- (84) Benannte Vertragsstaaten: AT CH DE FR GB IT LI NL SE

(1) Anmelder: Dr. O. Martens & Co. Nachf. Oberdillerstrasse 18 D-8021 Baierbrunn(DE)

- (72) Erfinder: Storp, Bruno, Dr. Rotwandstrasse 8 D-8023 Gosshesselohe(DE)
- (7) Erfinder: Steiner, Walter, Dr. Ludwig-Dürr-Strasse 9 D-8021 Icking(DE)
- (4) Vertreter: Kressin, Horst-Rüdiger, Dr. et al, DIEHL & KRESSIN Flüggenstrasse 17 D-8000 München 19(DE)

(54) Geruchsverbesserer und Verfahren zu seiner Herstellung.

(5) Die Erfindung betrifft einen Geruchsverbesserer auf Basis von Hexaalkylcyclotrisiloxan und eines Riechstoffs und/oder eines Riechstoffgemisches. Der Geruchsverbesserer enthält gegebenenfalls zusätzlich eine die Verdampfungsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxan herabsetzende Verbindung und gegebenenfalls noch weitere kosmetische oder desinfizierende Hilfsstoffe. Die erfindungsgemäßen Geruchsverbesserer sind z.B. einsetzbar als Raumbedufter, Toilettenkugeln oder für die Textilbeduftung.

EP 0 118 625 A2

# DIEHL & KRESSIN

Patentanwälte · European Patent Attorneys

Kanzlei/Office:

Flüggenstraße 17 · D-8000 München 19

5

1

10

15

Geruchsverbesserer und Verfahren zu seiner Herstellung

20

Die Erfindung betrifft einen Geruchsverbesserer auf Basis
25 eines Riechstoffträgermaterials und eines Riechstoffs
oder Riechstoffgemisches.

Aus der DE-AS 10 63 309 ist die Verwendung von elastischem, kalt verformbaren Methylphenylpolysiloxan als Einbettungs30 masse für Riechstoffe bekannt. Die bekannte Polysiloxanmasse dient dazu, die Abgabe des Riechstoffs über einen längeren Zeitraum auszudehnen. Die bekannte Einbettungsmasse hat jedoch den Nachteil, daß sie nicht verdampft, sondern nach der Abgabe des Riechstoffs zurückbleibt und somit das Ende der 35 Riechstoffabgabe nicht oder nur sehr schwer erkennbar ist.

1

5

10

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, einen Geruchsverbesserer zur Verfügung zu stellen, der bei Raumtemperatur möglichst weitgehend verdampft, um dem Verbraucher das Ende der Riechstoffabgabe erkennbar zu machen. Eine weitere Aufgabe ist es, einen physiologisch unbedenklichen Geruchsverbesserer zur Verfügung zu stellen, der keinerlei Geruchsbelästigung verursacht. Eine weitere Aufgabe ist es, einen Geruchsverbesserer zur Verfügung zu stellen, der versprühbar ist oder in Wasser schwimmfähig ist.

Die Aufgabe wird gelöst durch einen Geruchsverbesserer,

enthaltend Hexaalkylcyclotrisiloxan und gegebenenfalls weitere verdampfbare oder nicht verdampfbare Zusätze zur Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxans und gegebenenfalls weitere bekannte Hilfsstoffe.

20

Geeignet als Duftstoffträgermaterial sind insbesondere Hexamethyl-, Hexaethyl-, Hexapropyl-, Hexaisopropyl-, Hexabutyl- oder Hexa-t-butylcyclotrisiloxan.

- Das am besten geeignete Trägermaterial ist das Hexamethylcyclotrisiloxan, das einen Schmelzpunkt von etwa 64 bis 66°C aufweist und das bei Raumtemperatur relativ schnell verdampft.
- Der erfindungsgemäße Geruchsverbesserer wird insbesondere als Raumbedufter, Toilettenspüleinsatz, für Toilettenkugeln, Auftriebskörper in Toilettenspülkästen, als sprühfähige Aerosolmischung usw. verwendet.
- 35 Je nach Anwendungszweck wird vorzugsweise ein festes

1 Hexaalkylcyclotrisiloxan bzw. ein flüssiges Hexaalkylcyclotrisiloxan verwendet. Für die sprühfähigen Aerosolmischungen kann z.B. das Hexaethylcyclotrisiloxan vorteilhaft eingesetzt werden.

5

10

15

25

Geeignete Riechstoffe für das erfindungsgemäße Trägermaterial sind natürliche und synthetische Riechstoffe, insbesondere solche, die z.B. als funktionelle Gruppen Alkohol-, Äther-, Ester-, Aldehyd-, Keto-, Säure-, Nitril-, Nitro-Gruppen enthalten oder eine Terpen- oder Sesquiterpen-Gruppe, z.B. Anethol, Anisaldehyd, Vanillin oder Citronellal. Als geeignete Riechstoffe sind auch N-haltige organische Verbindungen und aliphatische und aromatische Kohlenwasserstoffe mit gesättigten und/oder ungesättigten Substituenten einsetzbar. Geeignete ätherische Öle sind z.B. Anisöl, Bergamotteöl, Campheröl, Citronellöl, Citronenöl, Eucalyptusöl, Fichtennadelöle, Geraniumöl, Lavendelöl, Lemongrasöl, Nelkenöl, Orangenöl, Pomeranzenöl, Pfefferminzöl, Rosenöl, Spiköl, Terpentinöl und Zimtöl. 20

Die Menge an Hexaalkylcyclotrisiloxan-Verbindung beträgt 0,5 bis 98 Gew.-%, insbesondere 2 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers. Die Menge des Riechstoffs bzw. der Riechstoffkomposition beträgt 2 bis 50 Gew.-%, insbesondere 3 bis 12 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Gerüchsverbesserers.

Das erfindungsgemäß eingesetzte Trägermaterial kann Stabilisatoren enthalten, die eine Polymerisation der ver-30 dampfbaren Siloxanverbindung zu nicht verdampfbaren, hochpolymeren Siloxanverbindungen verhindert bzw. yerzögert. Auf diese Weise kann eine eventuelle Beeinträchtigung der Verdampfungsgeschwindigkeit der erfindungsge-35 mäßen Trägermaterialien, die bei einer längeren Lagerung eintreten kann, weitgehend verhindert werden. Als Stabilisatoren für die Hexaalkylcyclotrisiloxane sind z.B. Erdalkalimetalloxide, insbesondere MgO, BaO und/oder CaO, geeignet. Die Menge des gegebenenfalls zugesetzten Stabilisators beträgt 0,1 bis 1 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht des Hexaalkylcyclotrisiloxans.

Die Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxans, insbesondere des Hexamethylcyclotrisiloxans, macht sich vorteilhafterweise dann bemerkbar, wenn das Siloxan als Lift für das Parfumöl verwendet wird, d.h. wenn der Geruchsverbesserer nur aus dem Siloxan und dem Parfumöl besteht und wenn das Siloxan in kleiner Menge eingesetzt wird, z.B. zu 0,5 bis 30%, bezogen auf das Gesamtgewicht aus Parfumöl und Siloxan.

Die Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxans ist für einige Anwendungsgebiete zu hoch. Dem Trägermaterial werden daher Zusatzstoffe zugegeben, die die Sublimationsgeschwindigkeit des Siloxans herabsetzen. 20 Der Geruchsverbesserer kann aber auch mit Zusatzstoffen umhüllt werden, die nach dem Auftragen bei Raumtemperatur erstarren und die die Sublimationsgeschwindigkeit herabsetzen. Geeignete Zusatzstoffe sind z.B. Paraffin, Stearin, Paraffinöl, Ester von Harzsäuren, Polyamidharze, 25 Ethylcellulose, Vinylacetat-Vinylchlorid-Mischpolimerisate, Polyvinylalkohol, Gelatine, Stärke, Epoxidharze, Polychloroprene, Polyisobutylen, Kampfer, Naphtalin, Tetramethylcyclobutandion, Trialkyltrioxan, Klebstoffe, Camphen, Tricyclodecan, Montanharz, Montanwachs, Poly-30 vinylacetat, Polyvinylpyrrolidon, Calciumcarbonat, Ton, Seife, Aluminiumoxid, Resinoide, Wasserglas, Silikate, Kieselerde, Cumaron-Handen-Hanze, Acrylnitril-Butadien-Mischpolymerisate, Polyvinylpropionat, Cellulosederivate, wie Methylcellulose; Melamin-Formaldehydharz, Furanharze, Polyurethane, Casein, 35 Alginate, Glutin und/oder Dextrin.

PRIDOCOLO SED 011000EA2 1

10

Die Zusatzstoffe werden, sofern es sich um Feststoffe handelt, in sehr fein verteilter Form zum Duftstoffträger zugemischt, die Teilchengröße der Zusätze ist nicht kritisch. Sie liegt aber vorzugsweise bei 0,5 mm und darunter. Die festen, nicht verdampfbaren Zusatzstoffe sind möglichst homogen im Geruchsverbesserer verteilt und liegen nur in einer geringen Menge vor, so daß sie beim Verdampfen des Duftstoffträgers und des Riechstoffs in gleichmäßiger fein verteilter Form anfallen.

10

15

Der Zusatzstoff kann auch aus einem Feststoff bestehen, der dem Geruchsverbesserer in Wasser einen Auftrieb verleiht, z.B. Schaumstoffteilchen aus Polyurethan oder Polystyrol. Diese Geruchsverbesserer sind schwimmfähig und werden daher bevorzugt für die Wasserreservoirbehälter von Toilettenspülanlagen verwendet. Daneben enthalten diese Geruchsverbesserer vorzugsweise noch Tenside und/oder Desinfektionsmittel.

Die Zusatzstoffe können sowohl mit dem Siloxanträgermaterial vermischt und/oder als Umhüllung auf den Geruchsverbesserer aufgebracht werden.

Die in Wasser und/oder einem Lösungsmittel löslichen Zusatzstoffe können in Form der Lösung auf das Siloxanträgermaterial aufgebracht werden. Dies kann z.B. durch Eintauchen des Geruchsverbesserers in eine Lösung oder durch
das Aufsprühen der Lösung auf die Oberfläche des Geruchsverbesserers vorgenommen werden. Nach dem Aufbringen der
Lösung wird das Lösungsmittel durch Verdampfen abgezogen.
Der Vorgang des Eintauchens bzw. Besprühens kann auch
mehrfach erfolgen. Die Sublimation des Siloxanträgermaterials darf jedoch nicht völlig verhindert werden.

Das Aufbringen des Zusatzstoffes auf die Oberfläche des 1 Geruchsverbesserers, bestehend aus dem Hexaalkylcyclotrisiloxan, Riechstoff und gegebenenfalls weiteren Hilfsstoffen, kann auch durch Eintauchen in eine Schmelze des Zusatzstoffes vorgenommen werden. Die Dicke des Über-5 zugs aus der Schmelze des Zusatzstoffes kann z.B. durch mehrfaches Eintauchen in die Schmelze so eingestellt werden, bis die gewünschte Sublimationsgeschwindigkeit des Siloxanträgermaterials erreicht ist. Auf diese Weise kann die gewünschte Sublimationsrate anhand einfacher La-10 borversuche auf den jeweiligen Anwendungsfall eingestellt werden. Auch das Ausmaß der Wasserlöslichkeit eines wasserlösliche Substanzen enthaltenden Geruchsverbesserers kann durch die Art und Dicke des Überzugs in gewünschter Weise beeinflußt werden. 15

Die Zusatzstöffe werden im allgemeinen in einer Menge von 6 bis 50 Gew.-%, insbesondere 10 bis 40 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers, zugesetzt.

Gemäß einer Ausgestaltung der Erfindung kann der Geruchsverbesserer auch aus einem Treibgas, einem Hexaalkylcyclotrisiloxan, insbesondere Hexamethylcyclotrisiloxan
und einem Parfumöl bestehen. Als Treibgas werden z.B. ein Fluorkohlenwasserstoff, Propan oder Butan eingesetzt. Das Parfumöl bzw. die Riechstoffkomposition kann auch ersetzt
werden durch ein Desinfektionsmittel, sofern das Desinfektionsmittel keinen unangenehmen Geruch besitzt.

Die Aerosolmischung kann gegebenenfalls neben dem Parfumöl auch Desinfektionsmittel zusätzlich enthalten. Das Aerosolgemisch wird unter Druck in Sprühvorrichtungen eingefüllt. Das Aerosolgemisch kann als weißes trockenes

35 Pulver ausgesprüht werden, das rückstandslos verdampft,

30

20

und zwar in Abhängigkeit von der ausgesprühten Menge. 1 Die Aerosolmischungen eignen sich insbesondere als Raumbedufter, Kleiderspray, Möbelspray oder auch als Christbaumspray zur Erzeugung von künstlichem Schnee. Der Vorteil des Sprays liegt darin, daß der Duft hinsichtlich der 5 Stärke und der Zeitdauer exakt dosiert werden kann und daß der Verbraucher sofort erkennt, wenn die Duftquelle verbraucht ist, und zwar dadurch, daß das ausgesprühte Material verdampft ist. Bei WC-Desinfektionssprays kann der Parfumölzusatz relativ gering gehalten werden oder er 10 kann auch ganz weggelassen werden. Die Menge des Hexaalkylcyclotrisiloxans, insbesondere des Hexamethylcyclotrisiloxans in den Aerosolmischungen liegt bei etwa 20 bis 60 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht der flüssigen Aerosolmischung. 15

Es kann von Vorteil sein, daß der Duftstoffträger für spezielle Anwendungsgebiete, z.B. wenn er als Toiletten-kugel verwendet wird, Waschhilfsstoffe, Tenside und/oder Desinfektionsmittel enthält. Als Tenside können alle an sich bekannten Tenside verwendet werden, z.B. anionaktive, kationaktive, nichtionogene und amphotere Tenside, wie Seifen, Sulfonate, Aminsalze, Invertseifen, quartäre Ammoniumverbindungen, Äthoxylate, Aminoxide und/oder Betaine.

20

25

Als Waschhilfsstoffe kommen z.B. Harnstoff, Natriumsulfat und/oder Natriumcarbonat in Frage.

Als Desinfektionsmittel werden insbesondere Grobdesinfektionsmittel eingesetzt, die zur Bekämpfung von pathogenen Mikroorganismen geeignet sind, z.B. Chlorate,
Hypochlorite, Chlorkalk, Chloramine, Methyl- und/oder
Chlorderivate des Phenols, Chinolin, Acridin, quartäre
Ammoniumverbindungen, Amphotenside und Gemische davon.

Die Tenside und Waschhilfsstoffe dienen zur gleichzeitigen Reinigung der Toilettenbecken, in denen die erfindungsgemäßen Geruchsverbesserer angeordnet werden. Die Menge dieser Hilfsstoffe (Tenside, Waschhilfsstoffe und/oder Desinfektionsmittel) beträgt 3 bis 15 Gew.-%, insbesondere 5 bis 10 Gew.-%, entweder als Einzelverbindung oder als Gemisch, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

Die erfindungsgemäßen Geruchsverbesserer können hergestellt werden, indem man die Hexa(C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>-alkyl)-cyclotrisiloxanverbindung mit der Riechstoffkomponente bzw. der Riechstoffkomposition homogen vermischt und gegebenenfalls die Zusätze hinzugibt und die Mischung dann zu einem Duftstoffträgerkörper verpreßt unter Druckanwendung und gegebenenfalls unter zusätzlicher Wärmeeinwirkung. Das Verpressen der Bestandteile des Duftstoffträgers kann z.B. durch übliche Pressen, die zur Herstellung von Tabletten oder Kugeln oder Kapseln geeignet sind, vorgenommen werden.

Eine besonders homogene und dichte Packungsform wird erreicht, wenn die Bestandteile des Duftstoffträgermaterials durch Verschmelzen miteinander vermischt und dann abgekühlt werden.

Die Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des erfindungsgemäß eingesetzten Siloxans kann nach einer vorteilhaften Ausgestaltung der Erfindung auch dadurch erreicht werden, daß die körperlichen Duftstoffträgermaterialien mit einem die Sublimation herabsetzenden Überzug versehen werden, insbesondere bestehend aus Polyvinylalkohol, Polyvinylpyrrolidon, Montanwachs, Montanharz und/oder Tricyclodecan. Die Preßlinge aus Hexaalkylcyclotrisiloxan und Riechstoff, werden vorzugsweise in ein Tauchbad, enthaltend

DAIGHTYNID: -ED - 011982542 |

den sublimationshemmenden Zusatzstoff als Schmelze oder
Lösung, eingetaucht, um den Überzug aufzubringen. Ein besonders geeignetes Tauchbad besteht z.B. aus einer Lösung
von Polyvinylacetat und/oder Polypyrrolidon in Alkylalkohol, wie Methanol, Ethanol, Isopropanol. Dabei werden insbesondere Zusatzstoffe als Überzugsmaterialien verwendet,
die ebenfalls sublimieren, aber eine geringere Sublimationsgeschwindigkeit aufweisen als Hexamethylcyclotrisiloxan. Für diesen Zweck sind insbesondere Campher,
Champhen, Tricyclodecan und/oder Tetramethylcyclubutandion
geeignet.

Es ist außerdem festgestellt worden, daß das Hexaalkylcyclotrisiloxan, insbesondere das Hexamethylcyclotrisiloxan, als Lift für den verwendeten Riechstoff wirkt. Dies macht sich bei Riechstoffen mit geringem Dampfdruck besonders vorteilhaft bemerkbar.

Nach einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung können auch Zusatzstoffe verwendet werden, die eine eigene Riechstoffwirkung besitzen, z.B. Campher, Camphen, Tricyclodecan und einige Desinfektionsmittel. In diesem Fall kann auf den Zusatz eines Parfümöls verzichtet werden, falls der Anwendungszweck dies zuläßt.

Besonders bevorzugt als Zusatzstoff für die Herabsetzung der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexamethylcyclotrisiloxans ist das Trialkyltrioxan. Besonders bevorzugt ist das Tri $(C_3-C_6-alkyl)-trioxan$ , insbesondere das Triisopropyltrioxan und Tri-t-butyltrioxan.

35

15

20

25

Die Erfindung wird durch die folgenden Beispiele n\u00e4her erl\u00e4utert:

# Beispiel 1

4,75 g Hexamethylcyclotrisiloxan wurden mit 0,25 g Terpineol vermischt und dann zu einer lose gepackten Tablette verpreßt. Beim Stehenlassen der Tablette bei Raumtemperatur waren nach 5 Tagen 50 % (2,5 g) des Duftstoffkörpers verdampft.

10 Beispiel 2

15

20

30

Es wurden 20 g Hexamethylcyclotrisiloxan in 80 g der Riechstoffkomposition "drom C" aufgelöst. Die Riechstoffkomposition "drom C" besteht aus

10 g Citronellal

40 q Citronellaöl Java

9 g Citronellol

1 g sog. Aldehyd 16

10 q Benzylacetat

20 g Litcea-cubebaöl

10 g Terpineol

Eingearbeitet in Seifen oder wenn man Zellstoff mit der Lösung tränkt, ergibt diese Mischung einen intensiveren Geruch als bei Verwendung der Riechstoffkomposition ohne das Siloxan. Das Siloxan wirkt somit als sog. Lift für den Riechstoff.

Beispiel 3

3,5 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 2 g Paraffinöl und 0,5 g
Terpineol wurden miteinander vermischt und dann zu einem

1 kugelförmigen Riechstoffträger (lose gepacktes Pulver) verpreßt. Beim Stehenlassen der Probe beim Raumtemperatur waren nach 25 Tagen 2 g (33,3 %) des Duftstoffkörpers verdampft.

5

# Beispiel 4

Es wurden 2,5 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 2 g Kampfer und 0,5 g der Riechstoffkomposition "drom C" vermischt und anschließend zu einer lose gepackten Tablette verpreßt. Die Riechstoffkomposition "drom C" ist identisch mit der in Beispiel 2 beschriebenen Zusammensetzung.

Die Probe wurde bei Raumtemperatur gelagert und dann die Sublimationsgeschwindigkeit bestimmt. Nach einer Lagerung von 14 Tagen waren insgesamt 3 g des Duftstoffkörpers verdampft.

20

#### Beispiel 5

Es wurde eine Probe hergestellt aus 3 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 0,6 g der Riechstoffkomposition "drom C" und 2,4 g Paraffinwachs als sublimationshemmenden Zusatzstoff. Nach ca. 15 Tagen waren 2,8 g des Duftstoffkörpers verdampft.

#### Beispiel 6

30

35

25

Es wurde eine Probe hergestellt aus 3 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 0,6 g Riechstoffkomposition "drom C" und 2,4 g Polyethylenglycol mit einem Molekulargewicht von 1500 bis 4000 als Zusatzstoff. Nach 14 Tagen waren ca. 2,5 g der Substanzen verdampft.

# <u>Beispiel 7</u>

Es wurden 5 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 3 g Ethylcellulose und 1 g Terpineol vermischt und das so hergestellte Pulver hinsichtlich der Sublimationsgeschwindigkeit untersucht. Es wurde festgestellt, daß bei Lagerung bei Raumtemperatur nach 16 Tagen 3,5 g des Pulvers verdampft waren.

## Beispiel 8

5 g Hexamethylcyclotrisiloxan wurden mit 0,5 g Terpineol vermischt und zu einer Tablette verpreßt. Die so hergestellte Tablette wurde dann mit einem Polyurethanlack überzogen. Der Überzug kann durch Besprühen oder durch Eintauchen in ein Polyurethan-Lackbad hergestellt werden. Die Verdampfungsrate des Siloxans wurde durch den Überzug erheblich herabgesetzt.

#### Beispiel 9

Es wurden 3,5 g Hexamethylcyclotrisiloxan mit 2 g Paraffinöl und 0,5 g Terpineol vermischt und zu einer flachen,
linsenförmigen Tabeltte verpreßt. Danach wurde die so
hergestellte Tablette mit einer dampfdurchlässigen Kunststoffolie auf beiden Seiten überzogen. Beim Lagern der
so präparierten Tablette bei Raumtemperatur wurde eine
erhebliche Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit
gegenüber der nicht beschichteten Tablette festgestellt.
Nach 25 Tagen waren bei Raumtemperatur nur 0,5 g
des Duftstoffkörpers verdampft.

## 1 Beispiel 10

Es wurden 6,2 g Hexamethylcyclotrisiloxan mit 0,3 g Kieselgel, 0,5 g Paraffinwachs, 2 g Campher und 1 g Camphen homogen gemischt und in einer Handpresse zu einem tablettenförmigen, festen Riechstoffkörper verpreßt. Die Verdampfungsrate betrug bei Raumtemperatur nach 15 Tagen 6 g, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

# 10 Beispiel 11

15 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 6 g Tricyclodecan und 1,0 g Terpineol wurden homogen miteinander vermischt und dann mit einer Handpresse zu einem kugelförmigen Riechstoffträger verpreßt. Beim Stehenlassen der Probe bei Raumtemperatur waren nach 17 Tagen 14 g des Duftstoffkörpers verdampft. Die gleiche Probe, jedoch ohne den zusätzlichen Riechstoff Terpineol wies die gleiche Verdampfungsrate auf.

20

25

30

15

5

#### Beispiel 12

Es wurden 15 g Hexamethylcyclotrisiloxan, 4 g Montanwachs und 1,0 g der Riechstoffkomposition "drom C" gemäß Beispiel 4 vermischt und anschließend mit einer Handpresse zu einer lose gepackten Tablette verpreßt.

Die Probe wurde bei Raumtemperatur gelagert und dann die Sublimationsgeschwindigkeit bestimmt. Nach einer Lagerung von 17 Tagen waren insgesamt 13 g des Duftstoffkörpers verdampft.

## 1 Beispiel 13

Es wurde eine Geruchsverbesserer-Tablette, bestehend aus 19 g Hexamethylcyclotrisiloxan und 1 g Citronellaöl in eine Lösung von Polyvinylacetat und Polyvinylpyrrolidon in Isopropanol getaucht und anschließend bei
Raumtemperatur getrocknet. Nach der Trocknung hatte
sich ein gleichmäßiger, dünner Überzug aus Polyvinylacetat/Polyvinylpyrrolidon auf der Oberfläche der Geruchsverbesserer-Tablette gebildet. Die mit der Kunststoffhülle umgebene Tablette wurde bei Raumtemperatur
gelagert, um die Verdampfungsrate zu bestimmen. Nach
14 Tagen war der Geruchsverbesserer verdampft, wobei
die zusammengefallene Kunststoffhülle zurückblieb.

15

20

5

10

Der obige Versuch wurde wiederholt, jedoch mit der Ausnahme, daß die Tablette zweimal in die obige Lösung eingetaucht wurde. Es wurde festgestellt, daß die Sublimationsrate dieser Tablette geringer war als die der Probe, die nur einmal in die Polyvinylacetat/Polyvinylpyrrolidon-Lösung getaucht worden war.

#### Beispiel 14

Es wurden zwei Geruchsverbesserer-Tabletten aus jeweils
19 g Hexamethylcyclotrisiloxan und 1 g Isobornylacetat hergestellt. Die erste Tablette wurde dann einmal
in eine Schmelze von Montanwachs getaucht. Nach dem Erstarren des überzugs wurde die Sublimationsrate bei Raumtemperatur bestimmt. Sie betrug nach 1 Tag 6,8 g, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

Bei der zweiten Tablette wurde das Eintauchen in die Montanwachs-Schmelze dreimal wiederholt, um einen dreifachen Überzug auf die Tablette herzustellen. Die Sublimationsrate betrug bei dieser Probe nur 3,8 g pro Tag.

MICROSIT: -ED - 011047542 1 -

# 1 Beispiel 15

Es wurde ein Aerosol aus den folgenden Bestandteilen hergestellt:

5

- 40 % Hexamethylcyclotrisiloxan
  - 4 % Riechstoffkomposition "drom C"
- 56 % Fluor-Kohlenwasserstoff als Treibgas

Beim Aussprühen des Gemisches aus einem unter Druck stehenden Sprühbehälter bildet sich ein weißer, trockener Schnee, der je nach der ausgesprühten Menge innerhalb von 2 bis 10 h rückstandslos unter Beduftung des Raumes verdampft.

15

20

25

30

## Ansprüche

- 1. Geruchsverbesserer, enthaltend ein Riechstoffträgermaterial und einen Riechstoff, dadurch gekennzeichnet, daß er Hexaalkylcyclotrisiloxan und
  gegebenenfalls weitere verdampfbare oder nicht verdampfbare Zusätze zur Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxans enthält.
- 2. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeich het, daß er zusätzlich kosmetische oder desinfizierende Hilfsstoffe oder Waschhilfsstoffe enthält.
- 3. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch ge-kennzeich net, daß dasHexaalkylcyclotrisiloxan ein Hexa $(C_1-C_4-alkyl)$ -cyclotrisiloxan ist.
- 4. Geruchsverbesserer nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Hexaalkylcyclotrisiloxan ein Hexamethyl-, Hexaethyl-, Hexapropyl-,
  Hexaisopropyl-, Hexabutyl- oder Hexa-t-butylcyclotrisiloxan ist.
- 5. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daßer als Zusatzstoff
  Paraffin, Stearin, Paraffinöl, Ester von Harzsäuren,
  Polyamidharze, Ethylcellulose, Vinylacetat-vinylchloridcopolymere, Polyvinylalkohol, Gelatine, Stärke,
  Epoxydharze, Polychloropren, Polyisobutylen, Kampfer,
  Naphthalin, Tetramethylcyclobutandion, Trialkyltrioxan,
  Klebstoffe, Camphen, Tricyclodecan, Montanharz, Paraffinwachs, Montanwachs, Polyvinylacetat, Polyvinylpyrrolidon,
  Calciumcarbonat, Ton, Aluminiumoxid, Resinoide, Wasserglas, Silicate, Kieselerde und/oder ein:Treibgas enthält.

- 6. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch gekennzeich net, daß er als Riechstoff natürliche oder synthetische Parfumöle, Kohlenwasserstoffe, Resinoide und/oder Absuloe enthält.
- 7. Geruchsverbesserer nach Anspruch 6, dadurch ge-kennzeich net, daß er als Parfumöl solche enthält, die als funktionelle Gruppen Hydroxyl-, Äther-, Ester-, Aldehyd-, Säure-, Nitril-, Keto- oder Nitro-Gruppen, Chloratome und/oder Terpen-Gruppen enthält.
- 8. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch ge-kennzeich net, daß die Zusatzstoffe fest sind und den Geruchsverbesserer in Form einer dampfdurch-lässigen Hülle umgeben.
- 9.. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch ge-kennzeich net, daß er 0,5 bis 98 Gew.-%, insbesondere 2 bis 60 Gew.-% Hexaalkylcyclotrisiloxan enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.
- 10. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch ge-kennzeich net, daß er 2 bis 50 Gew.-% Riechstoffe und/oder Riechstoffkompositionen enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.
- 11. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1, dadurch ge-kennzeich net, daß er 6 bis 50 Gew.-% gasförmige, flüssige und/oder feste Zusatzstoffe enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.
- 12. Geruchsverbesserer Anspruch 1 oder 2, dadurch gek e n n z e i c h n e t , daß er 3 bis 15 Gew.-% Tenside, Waschhilfsstoffe und/oder Desinfektionsmittel enthält, bezogen auf das Gesamtgewicht des Geruchsverbesserers.

- 13. Geruchsverbesserer nach Anspruch 1 , dadurch ge-kennzeich net, daß er 0,1 bis 1 Gew.-% wenigstens eines Erdalkalimetalloxids enthält, bezogen auf Gewicht des Hexaalkylcyclotrisiloxans.
- 14. Verfahren zur Herstellung des Geruchsverbesserers nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeich einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeich eine het, daß man das Hexaalkylcyclotrisiloxan mit dem Riechstoff und/oder der Riechstoffkomposition gegebenenfalls unter Zusatz weiterer Hilfsstoffe vermischt und das Gemisch dann zu einem Gegenstand formt oder das Gemisch in eine versprühbare Masse umwandelt.
- 15. Verfahren nach Anspruch !4 , dadurch gekennzeichnet, daß man den Gegenstand in ein Tauchbad, enthaltend wenigstens einen der Zusatzstoffe zur
  Verringerung der Sublimationsgeschwindigkeit des Hexaalkylcyclotrisiloxans taucht oder mit einer Lösung oder
  Schmelze, enthaltend wenigstens einen der Zusatzstoffe,
  besprüht, um den Gegenstand mit einer dampfdurchlässigen
  Hülle zu versehen.

				• .	•	
ţ						
			ā.			, ,
1						
	A CAMPAGA AND A		A MARIE AND			
			And the second s	en en servicio de la companya de la La companya de la companya de	And the Market of the Company of the	
4						
			en et en			ţ
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		ř				
* * * * * * * * * * * * * * * * * * * *					er e	
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·						
			18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 18 1	e de la companya de La companya de la co		
is Fall						
				A)		